

Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: 0 544 068 A2

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 92115120.5

51 Int. Cl.⁵: B01J 2/04, B01J 2/06

22 Anmeldetag: 04.09.92

30 Priorität: 01.10.91 DE 4132693

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
02.06.93 Patentblatt 93/22

84 Benannte Vertragsstaaten:
BE DE ES FR GB IT LU SE

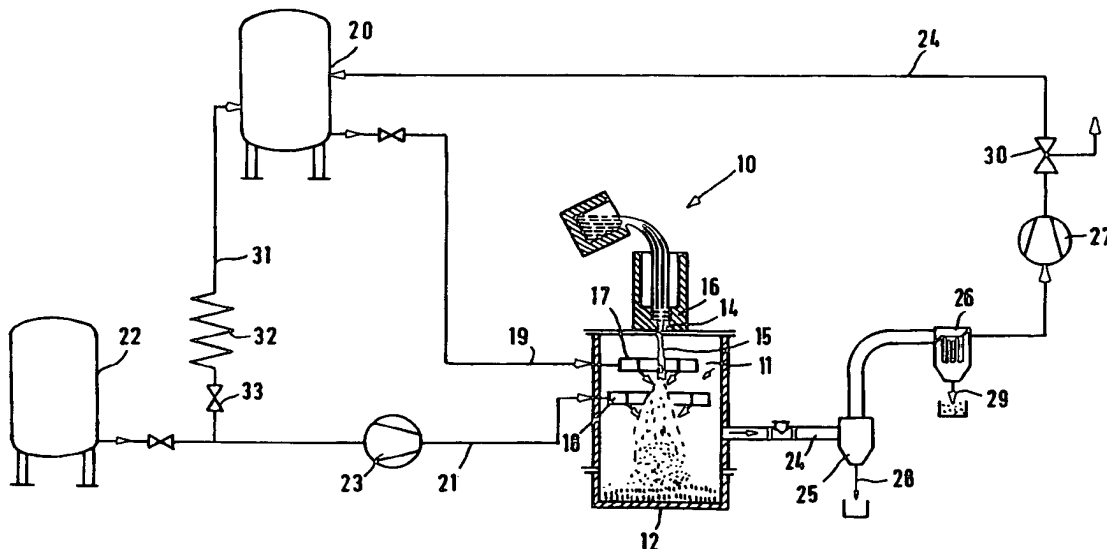
71 Anmelder: MESSER GRIESHEIM GMBH
Hanauer Landstrasse 330
W-6000 Frankfurt/Main 1(DE)

72 Erfinder: Gross, Gerhard, Dr.
Bengdbruchstrasse 34
W-4156 Willich 4(DE)
Erfinder: Meier, Birgitta
Lortzingstrasse 1a
W-4130 Moers 2(DE)
Erfinder: Vetter, Johannes, Dr.
Steinstrasse 14
W-4156 Willich 2(DE)

54 Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Pulvern.

57 Um bei einem Verfahren zur Herstellung von Pulvern aus geschmolzenen Stoffen durch Verdüsen der Schmelze zu Partikeln in einem Verdüsungsturm mittels eines tiefsiedenden Gases, das sowohl in gasförmiger als auch in flüssiger Phase zugeführt wird, den Verbrauch an tiefsiedendem Gas in gasför-

miger Phase zu reduzieren/minimieren, wird erfindungsgemäß vorgeschlagen, daß das nach dem Verdüsen im Verdüsungsturm in gasförmiger Phase vorhandene Gas dem Verdüsungsturm entnommen und in einem Speicher gesammelt wird.



EP 0 544 068 A2

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von Pulvern nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1 bzw. 5.

Aus der PCT-Patentanmeldung WO 89/12116 ist ein Pulverherstellungsverfahren bekannt, bei dem die Schmelze zunächst von einem tiefsiedenden Verdüsungsgas zerstäubt/verdüst wird und danach die entstandenen Pulverpartikel von einem tiefsiedenden Kühlgas in flüssiger Phase beaufschlagt werden.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, bei diesem Verfahren den Verbrauch an tiefsiedendem Gas in gasförmiger Phase zu reduzieren bzw. minimieren.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe mit den im kennzeichnenden Teil des Anspruchs 1 angegebenen Merkmalen gelöst.

Vorteilhafte Weiterbildungen sowie eine besonders günstige Vorrichtung nach der Erfindung sind in den Ansprüchen 2 bis 8 angegeben.

Gemäß der Erfindung wird das im Verdüsungsturm vorhandene Gas in gasförmiger Phase (Summe aus Zerstäubungsgas und verdampften Kühlgas) gesammelt und rückgeführt. Dadurch wird die zur Zerstäubung/Verdüsung benötigte Gasmenge, insbesondere durch die doppelte Nutzung des Kühlgases als Kühlmedium und danach als Verdüsumgmedium sowie durch die Kreislaufrührung wesentlich reduziert.

In der Zeichnung ist eine Schmelzvorrichtung mit 10, eine Zerstäubungsvorrichtung mit 11 sowie ein der Zerstäubungsvorrichtung 11 zugeordneter und mit der Schmelzvorrichtung 10 verbundener Verdüsungsturm mit 12 gekennzeichnet.

In der Schmelzvorrichtung 10 wird auf ca. 900 °C bis 1700 °C erhitztes Metall durch einen Auslauf 14 auf einen Durchmesser von 1 bis 20 mm geformt und fällt als Metallstrahl 15 in den Verdüsungsturm 12. Das Metall wird dabei entweder in einem separaten Ofen geschmolzen und in den Tundish 16 abgegossen oder direkt in dem als Ofen ausgebildeten Tundish geschmolzen und erhitzt.

Die Zerstäubungsvorrichtung 11 weist eine Primärdüse 17 sowie eine Sekundärdüse 18 auf. Dabei ist die Primärdüse 17 an eine Ausgangsleitung 19 eines Speichers 20 angeschlossen, aus dem tiefsiedendes Gas in gasförmiger Phase entnommen und der Sekundärdüse 18 zugeführt wird. Die Sekundärdüse 18 ist über eine isolierte Ausgangsleitung 21 mit einem Kältetank 22 verbunden. Aus diesem wird das tiefsiedende verflüssigte Gas direkt oder unter Zwischenschaltung einer Pumpe 23 der Sekundärdüse 18 zugeführt.

Im Verdüsungsturm 12 wird der Metallstrahl 15 durch den mit hohem Druck durch die Primärdüse 17 in gasförmiger Phase eingebrachten Stickstoff zerstäubt und durch tiefsiedendes verflüssigten Stickstoff

aus der Sekundärdüse 18 gekühlt, der hierbei verdampft.

An den Verdüsungsturm 12 ist eine Rückföhrleitung 24 angeschlossen, in der ein Zyklon 25, ein Filter 26 sowie ein Verdichter 27 vorgesehen sind. Ausgangsseitig ist die Rückföhrleitung 24 mit dem Speicher 20 verbunden.

Das nach dem Verdüsen im Verdüsungsturm 12 vorhandene mit Metallstaub beladene Gas in gasförmiger Phase wird in dem Zyklon 25 und dem Filter 26 gereinigt, wobei über Leitungen 28 bzw. 29 der Metallstaub entnommen wird. Durch den Verdichter (Kompressor) 27 wird das gereinigte Gas verdichtet und im Speicher 20 gesammelt. Das dem Verdichter 27 nachgeschaltete Überströmventil ist mit 30 bezeichnet. Vom Speicher 20 gelangt über die Leitung 19 das rückgeföhrte Gas wieder in den Turm 12 zur Primärdüse 17, wodurch ein kontinuierlicher Gaskreislauf während der Pulverherstellung erreicht wird.

Der Speicher 20 ist ferner über eine Speiseleitung 31, in der ein Verdampfer 32 sowie ein Ventil 33 angeordnet sind, mit dem Kältetank 22 verbunden.

Zum Starten der Verdüsung sind zwei Verfahrensweisen möglich:

1. Der flüssige Stickstoff aus dem Kältetank 22 wird vor Verdüsumgsbeginn zum Kaltfahren und Spülen der Anlage benutzt. Der im Turm 12 verdampfende Stickstoff gelangt durch Zyklon, Filter und Kompressor in den Speicher 20 und füllt diesen. Sobald sich im Speicher 20 ein hinreichend hoher Druck aufgebaut hat, kann mit der Verdüsumg begonnen werden.

2. Wenn ein Spülen (und Kaltfahren) der Anlage nicht erforderlich ist, wird der Speicher 20 entweder direkt oder über die Speiseleitung 31 mit Luftverdampfer aus dem Kältetank 22 befüllt. Speicher 20 und Kältetank 22 werden dann unmittelbar vor Verdüsumgsbeginn geöffnet.

Da zu dem im Kreislauf gefahrenen Gas ständig neues kaltes Gas hinzukommt, ist eine zusätzliche Kühlung des Kreislaufgases nicht notwendig.

Das überschüssige Gas kann durch das Überströmventil 30 entweichen.

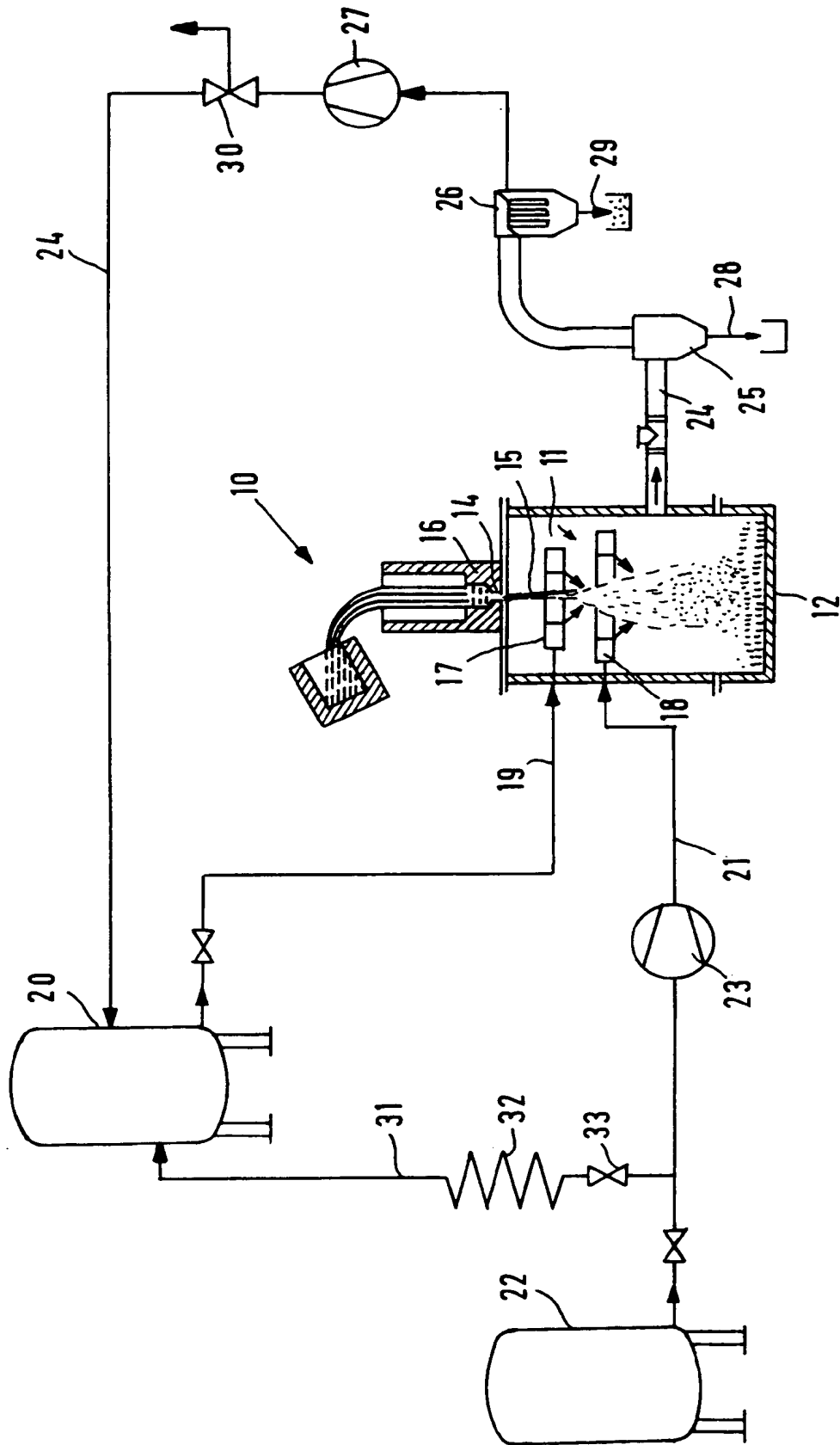
Patentansprüche

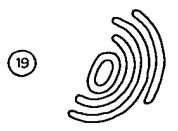
1. Verfahren zur Herstellung von Pulvern aus geschmolzenen Stoffen durch Verdüsen der Schmelze zu Partikeln in einem Verdüsumgsturm mittels eines tiefsiedenden Gases, das sowohl in gasförmiger als auch in flüssiger Phase zugeführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß das nach dem Verdüsen im Verdüsumgsturm in gasförmiger Phase vorhandene Gas

dem Verdüsungsturm entnommen und in einem Speicher gesammelt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1,
dadurch gekennzeichnet, 5
daß zum Verdüsen das tiefsiedende Gas in
gasförmiger Phase dem Speicher entnommen
wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, 10
dadurch gekennzeichnet,
daß das tiefsiedende Gas Stickstoff oder Argon
ist.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, 15
dadurch gekennzeichnet,
daß das dem Verdüsungsturm entnommene
Gas gefiltert und verdichtet wird.
5. Vorrichtung zur Herstellung von Pulvern mit 20
einer Schmelzvorrichtung, einer Zerstäubungs-
vorrichtung, die eine Primärdüse zur Zufuhr
eines tiefsiedenden Gases in gasförmiger Pha-
se und eine Sekundärdüse zur Zufuhr eines 25
tiefsiedenden Gases in flüssiger Phase auf-
weist sowie einem der Zerstäubungsvorrich-
tung zugeordneten und an die Schmelzvorrich-
tung angesetzten Verdüsungsturm,
dadurch gekennzeichnet,
daß an den Verdüsungsturm (12) eine Rück- 30
führleitung (24) zum Rückführen von in gasför-
miger Phase im Verdüsungsturm (12) vorhan-
denen Gas angeschlossen ist.
6. Vorrichtung nach Anspruch 5, 35
dadurch gekennzeichnet,
daß in der Rückführleitung (24) ein Zyklon
(25), ein Filter (26) sowie ein Verdichter (27)
vorgesehen sind. 40
7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6,
dadurch gekennzeichnet,
daß die Rückführleitung (24) ausgangsseitig
mit einem Speicher (20) verbunden ist, dessen
Ausgangsleitung (19) an die Primärdüse (17) 45
angeschlossen ist.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 5 bis 7,
dadurch gekennzeichnet, 50
daß der Speicher (20) über eine Speiseleitung
(31) mit einem Kältetank (22) verbunden ist,
dessen Ausgangsleitung (21) an die Sekundär-
düse (18) angeschlossen ist.

55





Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: 0 544 068 A3

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 92115120.5

51 Int. Cl.⁵: B01J 2/04, B01J 2/06,
C23C 4/12, B22F 9/08

22 Anmeldetag: 04.09.92

30 Priorität: 01.10.91 DE 4132693

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
02.06.93 Patentblatt 93/22

84 Benannte Vertragsstaaten:
BE DE ES FR GB IT LU SE

88 Veröffentlichungstag des später veröffentlichten
Recherchenberichts: 23.06.93 Patentblatt 93/25

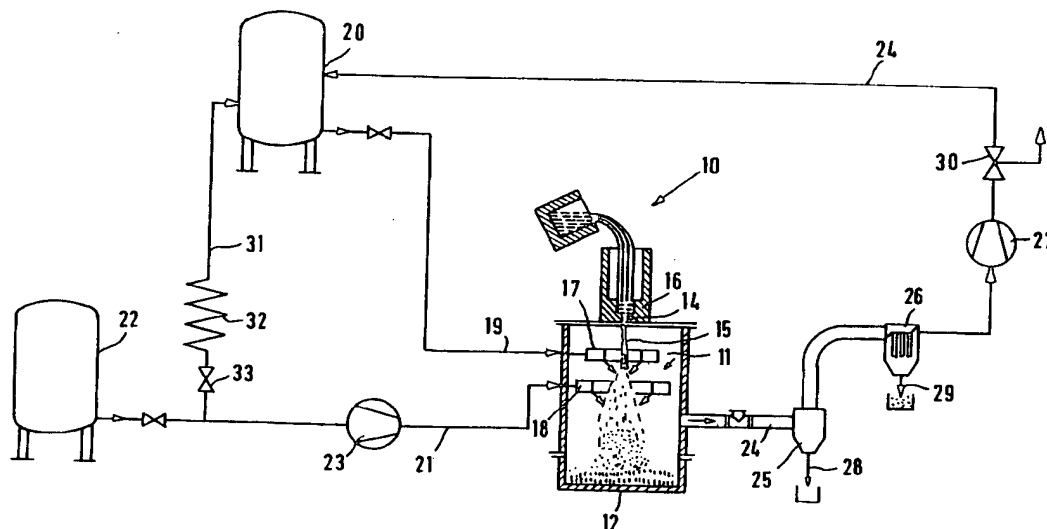
71 Anmelder: MESSER GRIESHEIM GMBH
Hanauer Landstrasse 330
W-6000 Frankfurt/Main 1(DE)

72 Erfinder: Gross, Gerhard, Dr.
Bengdbruchstrasse 34
W-4156 Willich 4(DE)
Erfinder: Meier, Birgitta
Lortzingstrasse 1a
W-4130 Moers 2(DE)
Erfinder: Vetter, Johannes, Dr.
Steinstrasse 14
W-4156 Willich 2(DE)

54 Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Pulvern.

57 Um bei einem Verfahren zur Herstellung von Pulvern aus geschmolzenen Stoffen durch Verdüsen der Schmelze zu Partikeln in einem Verdüsungsturm mittels eines tiefsiedenden Gases, das sowohl in gasförmiger als auch in flüssiger Phase zugeführt wird, den Verbrauch an tiefsiedendem Gas in gasförmiger Phase zu reduzieren/minimieren, wird erfindungsgemäß vorgeschlagen, daß das nach dem Verdüsen im Verdüsungsturm in gasförmiger Phase vorhandene Gas dem Verdüsungsturm entnommen und in einem Speicher (20) gesammelt wird.

miger Phase zu reduzieren/minimieren, wird erfindungsgemäß vorgeschlagen, daß das nach dem Verdüsen im Verdüsungsturm in gasförmiger Phase vorhandene Gas dem Verdüsungsturm entnommen und in einem Speicher (20) gesammelt wird.



EP 0 544 068 A3



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 92 11 5120

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
X	FR-A-2 558 850 (CLECIM SA)	1-7	B01J2/04
Y	* Seite 3, Zeile 24 - Seite 4, Zeile 13 *	1,5	B01J2/06
A	* Seite 5, Zeile 25 - Seite 6, Zeile 2 *	8	C23C4/12
	* Seite 8, Zeile 15 - Zeile 27; Abbildung 1 *		B22F9/08

D,Y	WO-A-8 912 116 (OSPREY METALS LIMITED) * Seite 6, Zeile 6 - Seite 7, Zeile 7; Abbildung 1 *	1,5	

P,A	EP-A-0 468 269 (MESSER GRIESHEIM GMBH) * Ansprüche; Abbildung *	1	

A	EP-A-0 258 487 (LEYBOLD AG) * das ganze Dokument *	1	

A	EP-A-0 331 993 (SIEMENS AG)		

A	EP-A-0 167 914 (LEYBOLD-HERAEUS GMBH)		

			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			B01J C23C B22F
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchesort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 22 APRIL 1993	Prüfer VAN BELLEGHEM W.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	